

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-066161

(43)Date of publication of application : 06.03.1990

(51)Int.Cl. C23C 14/24

(21)Application number : 62-308426

(71)Applicant : RES DEV CORP OF JAPAN
HATTORI SHINTARO
TAKAHAGI TAKAYUKI
ISHITANI KEI

(22)Date of filing : 04.12.1987

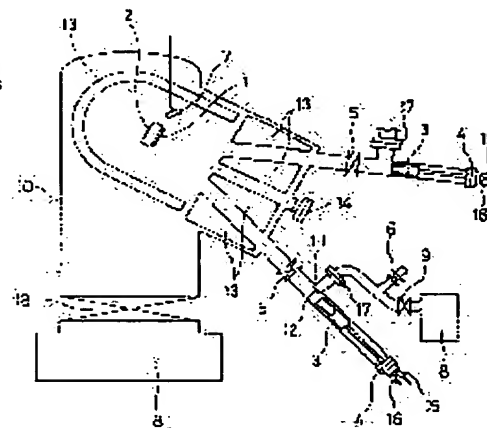
(72)Inventor : HATTORI SHINTARO
TAKAHAGI TAKAYUKI
ISHITANI KEI

(54) VACUUM DEPOSITION DEVICE

(57)Abstract:

PURPOSE: To prevent the pyrolysis of a vapor-deposition material and to vapor-deposit a low-melting-point material by providing a separation mechanism between the substrate and vapor-deposition material injection cell in a vacuum vessel, and charging the material into the cell while keeping the substrate in a vacuum.

CONSTITUTION: One or more substrates 1 to be vapor-deposited and one or more injection cells 3 charged with 1 kinds of vapor-deposition material are arranged respectively in the vacuum vessels 10 and 11 provided with a vacuum pump 8 and communicating with each other. The material is heated and vaporized through a heating electrode 15, led toward the substrate 1 from the cell 3 as a molecular beam current, and deposited on the surface. In this vacuum deposition device, a vacuum separation valve 5 is provided between the vessels 10 and 11 to separate the substrate 1 and injection cell 3. The valve 5 is closed, the substrate 1 is kept in a vacuum, a leak valve 6 is opened, and the vapor-deposition material can be charged into the injection cell 3 practically at atmospheric pressure. By this method, the pyrolysis of the material is prevented in baking, and a vapor-deposition material having an m.p. lower than the baking temp. can be used.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑫ 公開特許公報(A)

平2-66161

⑬ Int. Cl.⁵
C 23 C 14/24

識別記号 庁内整理番号
8520-4K

⑭ 公開 平成2年(1990)3月6日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 真空蒸着装置

⑯ 特 願 昭62-308426

⑰ 出 願 昭62(1987)12月4日

⑱ 発 明 者	服 部 紳 太 郎	滋賀県大津市大萱5-5-17 ヘルメゾン坂口302号室
⑱ 発 明 者	高 萩 隆 行	滋賀県大津市千町2丁目14-10
⑱ 発 明 者	石 谷 炯	滋賀県大津市園山1丁目1番1号 株式会社東レリサーチセンター内
⑲ 出 願 人	新技術開発事業団	東京都千代田区永田町2丁目5番2号
⑲ 出 願 人	服 部 紳 太 郎	滋賀県大津市大萱5-5-17 ヘルメゾン坂口302号室
⑲ 出 願 人	高 萩 隆 行	滋賀県大津市千町2丁目14-10
⑲ 出 願 人	石 谷 炯	滋賀県大津市園山1丁目1番1号 株式会社東レリサーチセンター内
⑳ 代 理 人	弁理士 西澤 利夫	

明 細 書

1. 発明の名称

真 空 蒸 着 装 置

2. 特許請求の範囲

(1) 真空容器中に1枚もしくは2枚以上の被蒸着基板と1種もしくは2種以上の蒸着物質が装填された1個もしくは2個以上の噴出セルとを配置した蒸着装置において、被蒸着基板と噴出セルとの間に1個もしくは2個以上の分離機構を設け、被蒸着基板を真空状態に保持した状態で噴出セルに蒸着物質を実質的に大気圧下で装填可能としたことを特徴とする真空蒸着装置。

(2) 被蒸着基板と噴出セルとの間の分離機構の1個もしくは2個以上が真空バルブである特許請求の範囲第(1)項記載の真空蒸着装置。

(3) 蒸着物質が噴出セルから被蒸着基板に向けて分子線流を形成する特許請求の範囲第(1)項記載の真空蒸着装置。

3. 発明の詳細な説明

(技術分野)

この発明は、真空蒸着装置に関するものである。さらに詳しくは、この発明は、熱分解を受けやすい物質、低融点物質を蒸着する場合にも有効に用いることのできる新しい真空蒸着装置に関するものである。

(背景技術)

無機化合物、有機化合物を問わず分子を基板表面上に規則正しく配列させ積層した薄膜は、非線形光学効果や光メモリー、光-電流変換機能等のバルクの純粋な結晶では見られない新しい機能を発現するために新たなエレクトロニクス素材として注目されている。これらの薄膜は、主に真空容器内に被蒸着基板と共にセットしたヒーター上に噴出セルに装填した蒸着物質を載せ、このヒーターを加熱し蒸着物質を気化させ基板に蒸着させる真空蒸着法(例えば、稲岡 紀子生ら、表面、24巻、61~75ページ、1986年)や超高真空容器中に被蒸着基板と蒸着物質を装填した噴出セル

(2)

をセットし、噴出セルを加熱し蒸着物質の分子線流を発生させ、この分子線流を被蒸着基板に蒸着する分子線エビタキシー法 (MBE法) (例えば、原 正彦、第8回光ファイバー研究会講演会予稿集、13～16ページ、1987年7月23日) などにより作製されている。

しかし、これらの公知の真空蒸着装置では被蒸着基板と蒸着物質を装填した噴出セルが実質的に同一の真空容器内にある。そのため、蒸着操作に先立ち、真空容器器壁に吸着した空気や水分などの不純物を取り除くために不可欠な蒸着装置全体を高温に加熱しながら長時間真空排気するベーキング操作を、噴出セルなどに蒸着物質を装填した状態で行わざるを得ない。このためにベーキング操作中に蒸着物質の一部が熱分解などにより変質して混入する現象が生じる (例えば、UICHI ITOH, et al., Thin Solid Films, Vol. 121, 7～16 (1984)、金部 博之、フィジクス、8巻、2号、100～104ページ)。この熱分解により生じた不純物が蒸着物質と同時に気化し、被蒸着基

板へ同時に積層することにより分子配列が乱れ、形成される薄膜の純度や薄膜特有の機能が低下する問題点があった。

また、熱分解が生じない物質であっても、公知の真空蒸着装置に於いては、融点がベーキング温度以下の物質はベーキング操作中に噴出セル内で激しく沸騰し、気化しない微粒子状態の物質を伴いながら蒸着装置内一面に飛散して噴出セル内がからになるため、融点が低い物質の蒸着が実質的に不可能になる問題点もあった。

さらに、公知の真空蒸着装置では噴出セルへ蒸着物質を補充するために、装置全体の真空を破り真空容器内に空気もしくは窒素、アルゴン、ヘリウムなどの気体を導入しなければならない。このため噴出セルへ蒸着物質を補充する都度、上述した問題点を含むベーキング操作を新たにやり直す必要があった。

(発明の目的)

この発明は、以上の通りの事情に鑑みてなされたものであり、従来の真空蒸着装置の欠点を改善

し、蒸着物質のベーキング操作による熱分解を防止し、あわせてベーキング温度以下の融点を持つ物質の蒸着をも可能とする新しい真空蒸着装置を提供することを目的としている。

(発明の開示)

この発明の真空蒸着装置は、上記の目的を実現するために、真空容器中に1枚もしくは2枚以上の被蒸着基板と1種もしくは2種以上の蒸着物質が装填された1個もしくは2個以上の噴出セルとを配置した蒸着装置において、被蒸着基板と噴出セルとの間に1個もしくは2個以上の分離機構を設け、被蒸着基板を真空状態に保持した状態で噴出セルに蒸着物質を実質的に大気圧下で装填可能としたことを特徴としている。

すなわち、この発明の発明者は、真空蒸着装置に於いて前記の問題点を生じている原因は、被蒸着基板と蒸着物質を装填した噴出セルが実質的に同一の真空容器内にあるためと考えた。従って、種々実験検討した結果、蒸着物質を装填した噴出セルを被蒸着基板を収納した装置本体の真空容器

とは別個の真空容器に収納し、蒸着物質が噴出セルにセットされた状態ではベーキング操作時の熱が噴出セルが入った真空容器に伝わらないような構造にすれば解決できることが判明した。また、装置本体の真空容器と前述の噴出セルを収納した真空容器との間に真空バルブなどの分離機構を設置し、被蒸着基板が収納された真空容器の真空を保持した状態で噴出セルの入った真空容器のみを大気圧に開放して蒸着物質を補充し、補充後この部分を再び真空に排気し、再び被蒸着基板が収納された真空容器に結合することにより装置全体の真空を破らずに蒸着物質を噴出セルに補充できることが判明した。この時、噴出セルが入った真空容器の体積を被蒸着基板を収納した真空容器の体積より充分小さくしておくことにより噴出セルが入った真空容器内に吸着した空気や水分等の影響を無視できることが判った。従ってこれにより被蒸着基板を収納した真空蒸着装置本体の真空容器の再度のベーキング操作を実質的に不要にできることも判明した。

(3)

この発明は、以上の通りの知見に基づいてなされたものである。

添付した図面に沿って次にこの発明の真空蒸着装置について詳しく説明する。

まず第3図に示した公知の真空蒸着装置では予め装置の真空容器(10)内に空気もしくは窒素、アルゴン、ヘリウムなどの気体を導入して大気圧にしておき、取り付けフランジ(4)を外して噴出セル(3)を装置の真空容器(10)の外に取出し、蒸着物質を噴出セル(3)に装填する。その後、再び噴出セル(3)を装置の真空容器(10)に取り付け、その後、装置の真空容器内を真空排気しながら高温に加熱するベーキング操作を行う。この時に蒸着物質の一部が熱分解し不純物として混入する。次いで所定の条件で噴出セル(3)を加熱し真空蒸着を行うために被蒸着基板上に形成される蒸着膜に熱分解生成物が不純物として混入する。

これに対して、第1図に示したこの発明の一実施例においては、噴出セル(3)に蒸着物質を装

填する前に予め真空蒸着装置全体(10)。

(11)を高温に加熱し真空排気するベーキング操作を施し、その後で真空分離バルブ(5)を閉じ、装置本体の真空容器(10)を真空に保持した状態でリークバルブ(6)を開き噴出セル(3)が入った真空容器(11)内にのみ空気もしくは窒素、アルゴン、ヘリウムなどの気体を導入して大気圧とした後、噴出セル取り付けフランジ(4)を外して噴出セル(3)を真空容器(11)の外に取出す。次いで、蒸着物質を噴出セル(3)に装填し真空容器(11)に再び取り付ける。引続きリークバルブ(6)を閉じ、次に真空バルブ(9)を開き噴出セルの入った真空容器(11)内を排気し真空にする。次に真空分離バルブ(5)を開き噴出セル(3)を所定の条件で加熱し、被蒸着基板に対して蒸着を行う。

第2図は、この場合の噴出セル部の実施例を示したものである。

以上の例から明らかなように、この発明の真空蒸着装置においては、上に述べた操作により蒸着

表 1

No.	化学構造式	名称
(1)		TCNQ
(2)		シアニン 色素
(3)		メロシア ニン色素

表 2

化合物	ベーキング操作前 の融点	ベーキング操作後 の融点
(1)	287℃	287℃
(2)	272℃	272℃
(3)	270℃	270℃

物質をベーキング操作時の高温に全くさらすことなく真空蒸着を行うことができるので、熱分解を受け易い物質やベーキング温度より低い融点の物質の真空蒸着に好適であり、特に有機化合物の真空蒸着に適している。

次にこの発明の真空蒸着装置を用いて行った蒸着の実施例を示し、さらに詳しくこの発明について説明する。もちろんこの発明は、以下の実施例によって限定されるものではない。

例 1

第1図および第2図に示した装置を用い、噴出セル内に蒸着物質として下記の表1に示した化合物(1)～(3)をそれぞれ0.2グラム入れ、ベーキング操作前後の融点を測定した。なおベーキング操作は約 10^{-8} Torr、250℃、8時間の条件で実施した。また、各化合物の融点はガラス製毛細管に封入した試料をシリコン油溶に入れシリコン油溶を加熱しながら水銀温度計が示す値を目視で読み取った値である。その結果を表2に示す。

(4)

比較例 1

公知の真空蒸着装置を用いて、噴出セル内に蒸着物質として上記化合物(1)～(3)をそれぞれ0.2グラム入れ、ベーキング操作前後の融点を測定した。なおベーキング操作条件は例1と同じ約 10^{-8} Torr、250℃、8時間の条件である。また、各化合物の融点も例1と同じく、ガラス製毛細管に封入した試料をシリコン油浴に入れシリコン油浴を加熱しながら水銀温度計が示す値を目視で読み取った値である。その結果を表3に示す。

表 3

化合物	ベーキング操作前の融点	ベーキング操作後の融点
(1)	287℃	265℃
(2)	272℃	252℃
(3)	270℃	262℃

この場合には被蒸着物質の熱分解生成物が混入しているために融点の低下を生じている。

表 5

化合物	ベーキング操作前の融点	ベーキング操作後の融点
(4)	119℃	119℃
(5)	200℃	200℃
(6)	218℃	218℃

比較例 2

公知の真空蒸着装置を用いて、噴出セル内に蒸着物質として上記化合物(4)～(6)をそれぞれ0.2グラム入れ、ベーキング操作を施した。なおベーキング操作条件は例2と同じ約 10^{-8} Torr、250℃、8時間の条件である。この条件下では噴出セル内の蒸着物質が揮発し、全く残存していなかった。

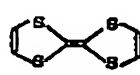
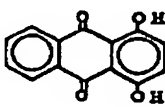

(発明の効果)

以上に示したようにこの発明によれば、真空蒸着装置の噴出セルに入れた蒸着物質がベーキング操作時の高熱の影響を受けないため、熱分解を受け易い物質やベーキング温度より低い融点の物質を容易に真空蒸着できる。

例 2

噴出セル内に蒸着物質として下記化合物(4)～(6)をそれぞれ0.2グラム入れ、ベーキング操作前後の融点を測定した。なおベーキング操作は約 10^{-8} Torr、250℃、8時間の条件で実施した。また、各化合物の融点は例1と同様にしてみた。その結果を表5に示す。

表 4

No.	化学構造式	名称
(4)		T T P
(5)		キニザリン
(6)		アントラセン

4. 図面の簡単な説明

第1図は、この発明による真空蒸着装置の1実施例を示した断面図である。第2図は、この発明の真空蒸着装置の噴出セル部分の1実施例を示した断面図である。第3図は公知の真空蒸着装置の1例を示した断面図である。

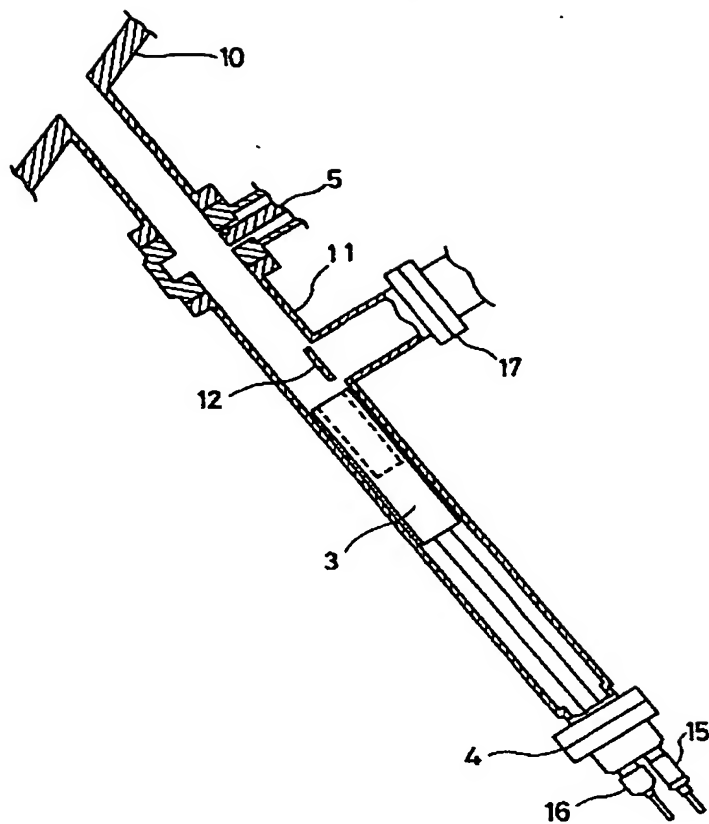
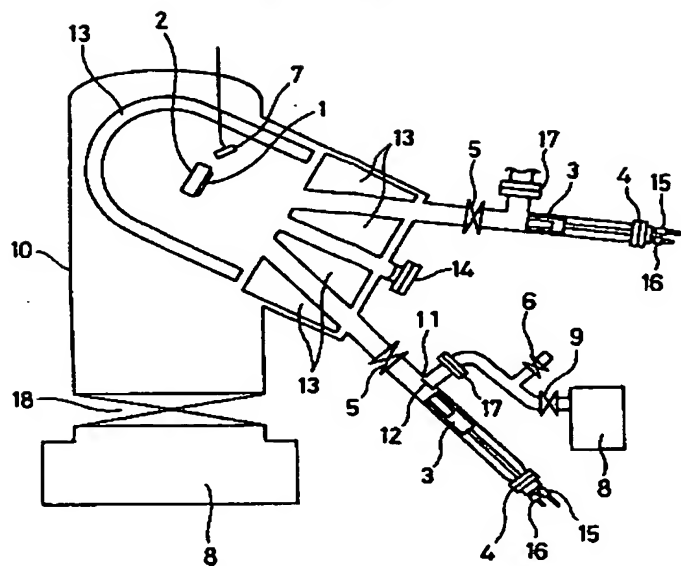
- 1…被蒸着基板、2…基板ホルダー、
- 3…噴出セル、4…噴出セル取り付けフランジ、
- 5…真空分離バルブ、6…リークバルブ、
- 7…膜厚計、8…真空ポンプ、9…真空バルブ、
- 10…真空容器、11…真空容器、
- 12…じゃま板、13…液体窒素溜、
- 14…覗き窓、15…噴出セル加熱ヒーター電極、
- 16…噴出セル温度制御熱電対電極、
- 17…真空排気管取り付けフランジ、
- 18…真空バルブ。

代理人 弁理士 西 澤 利 夫

(5)

第 2 図

第 1 図



第 3 図

